VnmrJ 3.1 ソフトウェアによる複数個所ホモ-デカップリング

アプリケーションノート

著者

Paul A. Keifer
Agilent Technologies
Santa Clara CA 95051
USA

ホモ-デカップリング実験では、非等価核間のスカラー結合を検出し、結合定数の大きさを測定することができます。この実験は、結合定数測定において 2D COSY 実験に代わる有効な手段となり、さらに精度を高めることも不可能ではありません。ほぼすべての NMR アプリケーションで、ホモ-デカップリング実験で得られた情報を利用できます。特に、分子量が数千未満の化合物を扱う場合には効果が大きくなります。一般に、サンプル構造が既知の場合は、ホモ-1D デカップリング実験が最適な選択肢となります。一方、ホモ-2D デカップリング実験は、構造が未知の化合物に適しています。しかし、スペクトルに多くの分裂シグナルが含まれる化合物を扱う場合、従来のホモ-デカップリングメソッドは時間がかかり、煩雑になることがあります。この技術概要では、VnmrJ 3.1 ソフトウェア独自の複数個所ホモ-デカップリング機能を紹介します。この機能を使えば、多くの多重分裂シグナルを同時に照射することで、いくつかの手順を省き、デカップリングプロセスをスピードアップさせることが可能です。

Agilent Technologies

複数の多重分裂シグナルを同時に照射

VnmrJ3.1 ソフトウェアを使えば、複数の多重分裂シグナルを単一シグナルと同じくらい簡単に照射することができます。この機能は、複雑なスペクトルの分析にきわめて役だちます。フォアグラウンド採取モードを用いてホモ-デカップリング実験をおこなう際には、分析対象サンプルの ^{1}H スペクトルをグラフィックウィンドウに表示し、[(H) HomoDec] プロトコルボタンを選択します (図 1)。これにより、HomoDec 実験がフォアグラウンドパラメータセットにロードされ、グラフィックウィンドウ内のスペクトルが残され、照射する多重分裂シグナルをグラフィカルに選択できるようになります。図 2 に示すように、この選択プロセスは、HomoDec Acquire/Default パラメータページと連動しています。

1 回の実験で複数のスペクトル領域を同時に照射するためには、デカップリングするスペクトル領域を選択するまえに、図 2 の [Multifrequency decoupling] ボックスにチェックを入れる (選択する) 必要があります。その後、グラフィックウィンドウ内で、照射する分裂シグナルの左右にカーソルを置き、[Select] ボタンを押します (図 2 の下中央)。1 つの分裂シグナルを囲むたびに [Select] ボタンを押して、その分裂シグナルを照射する領域のリストに追加します (領域のリストをリセットする場合は、[CLEAR] ボタンを押して、領域の選択をやり直します)。分析対象となるすべての分裂シグナルを選択したら、緑色の [Acquire] ボタンをチェックし、測定を開始します。

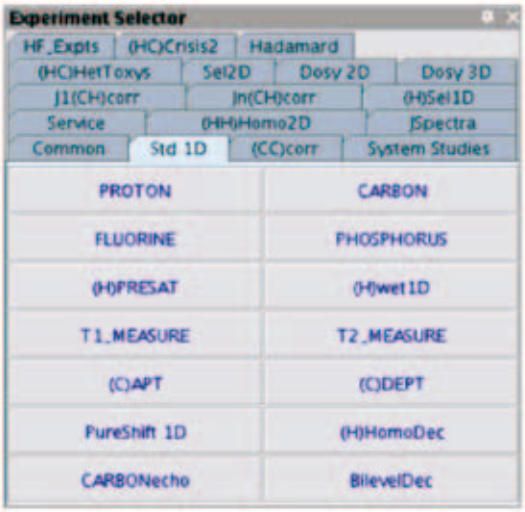

図 1. [(H)HomoDec] プロトコルボタンを表示する [Experiment Selector] バーティカルパネル

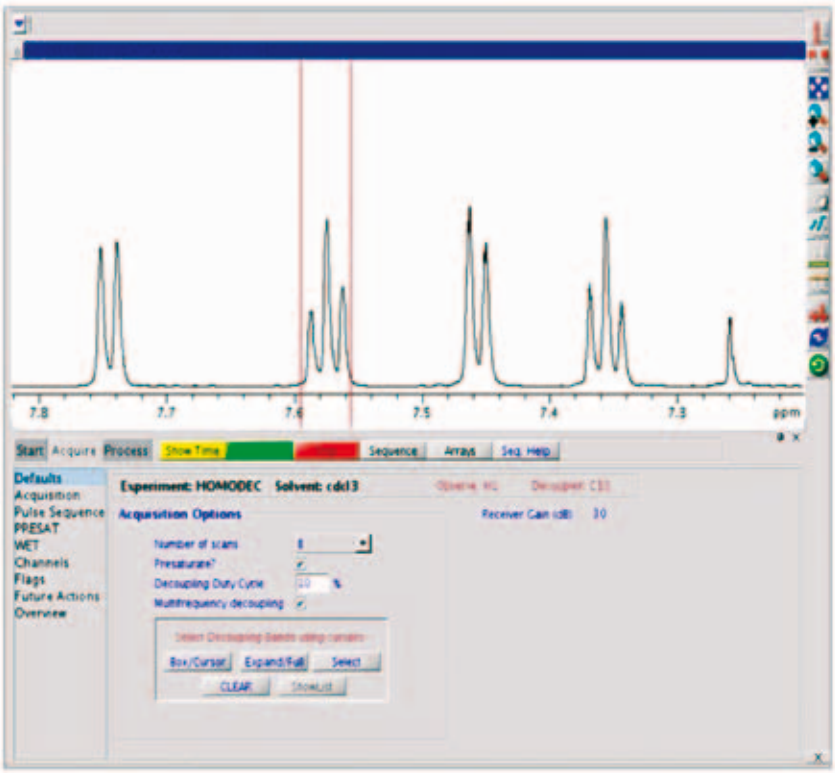

図 2. フォアグラウンド採取モードの使用時に表示される HomoDec 実験の Acquire/Default パラメータページ。[Multifrequency decoupling] が選択 (チェック) されています。上のグラフィック部分では、プロトンスペクトルの拡大図と、最初に選択された照射領域を囲むカーソルが示されています

多波長照射による複雑な構造の解析

VnmrJ 3.1 ソフトウェアは、単一の多波長同時照射波形ファイルをその場で自動的に構築する独自の Pbox アルゴリズムを備えています。これにより、選択したすべての分裂シグナルを 1 回の実験で同時に照射することが可能になります。これには、既存のメソッドと比べて 2 つの大きな利点があります。1 つ目は、各分裂シグナルを連続して照射する一連のスペクトルを採取するよりも、複数の分裂シグナルを同時に照射する単一のスペクトルを採取するほうが、時間が短くて済むという点です。2 つ目は、すべての分裂シグナルを一度にデカップリングすることで、スペクトルが単純になるという点です。この 2 つの利点により、分析結果を直接解釈することが可能になるうえに、連続して採取したスペクトルの分析結果を解釈するよりも時間がかかりません。

図 3 の上段のスペクトルは、分裂シグナルの同時照射を用いた分析結果を示しています。サンプルには $CDCl_3$ 中の 2-エチル-インダノンを使用しました。このデータは、次のように簡単に解析できます。下段 (参照) のスペクトルと中段のスペクトルを比較すると、7.58 ppm の三重線が 7.46 ppm の二重線と 7.36 ppm の三重線に結合しているのがわかります。7.36 ppm の三重線は、7.58 ppm が照射された時点で二重線として残っていることから、さらに別のプロトンと結合しています。7.75 ppm の二重線は、7.58 ppm のシグナルと結合していません (中段スペクトルで二重線が残っていることから)。上段スペクトルで示すように、7.36 ppm のシグナルと 7.58 ppm のシグナルを同時に照射すると、7.75 ppm の二重線は 7.36 ppm の三重線と結合し、7.36 ppm の三重線は 7.58 ppm の三重線と結合し、さらに 7.58 ppm の三重線は 7.46 ppm の二重線と結合していることがわかります。これにより、簡単な分析だけで、4 つのプロトンの結合順序が判明します。これらのプロトンは間違いなく、2-エチル-インダノンの構造 (図 3) で示されているオルト置換フェニル環に適合します。このデータだけでは、鎖中のどのプロトンがカルボニル炭素にもっとも近いかまではわかりませんが、異核多重結合相関 (HMBC) NMR などの他の実験で決めることができます。

結論

ホモ-デカップリング実験は豊富な構造情報を得られますが、従来のメソッドを用いると実験が煩雑になることがあります。各分裂シグナルを 1 つずつ照射したり、単一照射実験を連続しておこなったりする手法は、煩雑なうえに設定に時間がかかり、データ採取にもきわめて長い時間を要します。VnmrJ 3.1 ソフトウェアの新しい多波長照射機能を使えば、1 つの分裂シグナルを照射する場合と同じくらい簡単に複数の分裂シグナルを選択し、同時に照射することができます。きわめて複雑な構造でも、ユーザーによる操作の時間を大幅に短縮しながら、より迅速に解析することが可能になります。

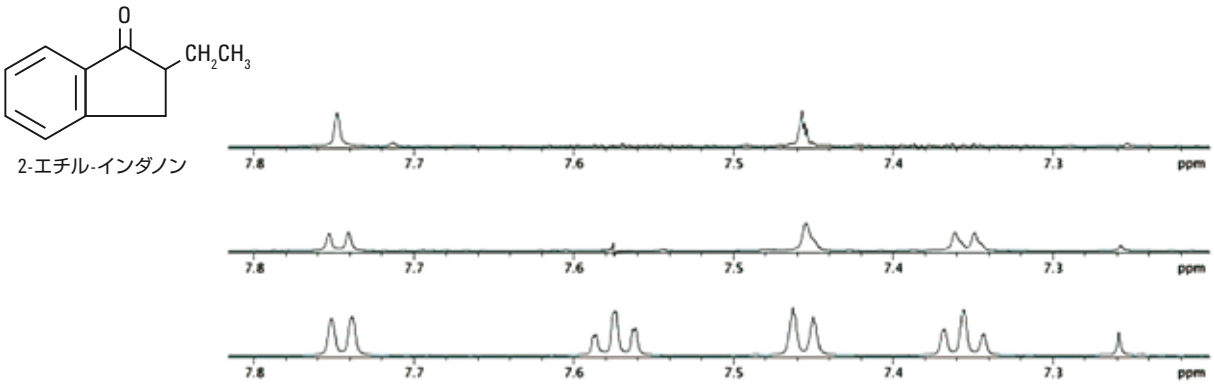

図 3. 2-エチル-インダノン (スペクトルの上に構造を表示) のホモ-デカップリングデータの例。1 回の実験で複数の分裂シグナルを同時に照射してデータを採取しました。下段のスペクトルは、単純な 1D ^1H スペクトルで、芳香族領域の 4 つのプロトンのみを表示するように拡大しています。上の 2 つのスペクトルは、どちらも HomoDec 実験により採取されたものです。
中段スペクトルは 7.58 ppm の分裂シグナルを、上段スペクトルは二種類の分裂シグナル (7.58 ppm と 7.38 ppm) を照射して得られたスペクトルです

詳細情報

ホームページ :
www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ :
フリーダイヤル 0120-477-111

www.agilent.com/chem/jp

本書に記載の製品仕様や説明は予告なく変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2011
Published in Japan, April 8, 2011
Publication Number 5990-7602JAJP

Agilent Technologies